

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-329716

(43)Date of publication of application : 30.11.2000

(51)Int.Cl.

G01N 23/227
H01J 37/317

(21)Application number : 11-138173

(71)Applicant : CANON INC

(22)Date of filing : 19.05.1999

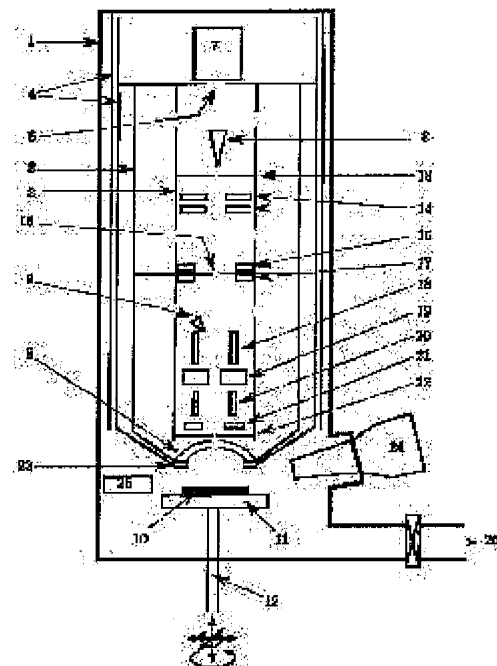
(72)Inventor : KUSAKA TAKAO

(54) AUGER ELECTRON SPECTRAL APPARATUS AND ANALYTICAL METHOD FOR DEPTH DIRECTION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an Auger electron spectral apparatus by which a layer, to be analyzed, existing at the inside of a solid sample can be measured precisely.

SOLUTION: An electron gun 9 is provided. An ion gun 8 is provided. A means by which an electron beam or an ion beam is focused on the surface of a sample 10 so as to be scanned is provided. A means 25 which detects secondary electrons emitted from the sample 10 is provided. A means by which the signal intensity of the detected secondary electrons is displayed in synchronism with the scanning operation of the focused electron beam or the scanning operation of the focused ion beam is provided. A means 24 by which ions at energy lower than that of the focused ion beam are directed at the sample is provided. A means by which electrons emitted from the surface of the sample by the scanning operation of the electron beam is spectrally diffracted by an energy analyzer is provided.



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-329716

(P2000-329716A)

(43) 公開日 平成12年11月30日 (2000. 11. 30)

(51) Int.Cl.⁷

識別記号

F I

キーワード (参考)

G 0 1 N 23/227

G 0 1 N 23/227

2 G 0 0 1

H 0 1 J 37/317

H 0 1 J 37/317

Z 5 C 0 3 4

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平11-138173

(22) 出願日 平成11年5月19日 (1999. 5. 19)

(71) 出願人 000001007

キヤノン株式会社

東京都大田区下丸子3丁目30番2号

(72) 発明者 日下 貴生

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ
ノン株式会社内

(74) 代理人 100096828

弁理士 渡辺 敬介 (外1名)

Fターム (参考) 2G001 AA03 AA05 AA09 AA10 BA06

BA09 DA02 DA09 EA04 GA05

GA06 GA08 GA11 HA13 JA03

JA04 JA12 KA01 PA07 PA15

RA04 RA05 RA20 SA01

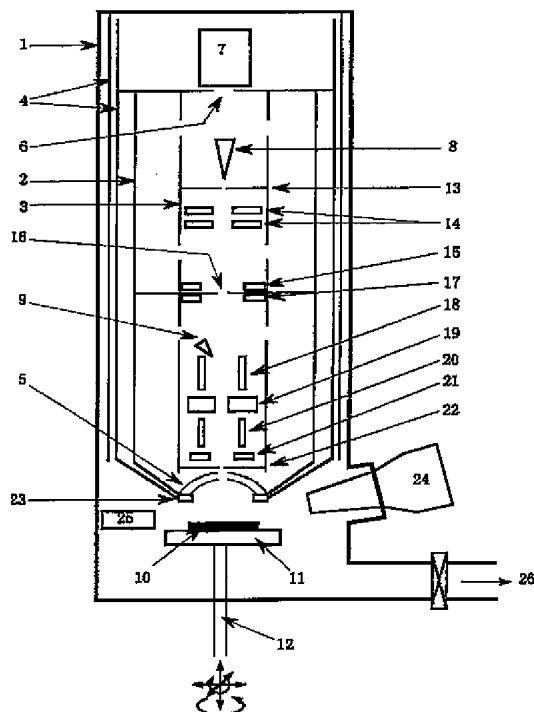
5C034 CC01 CC07 CC19 CD02

(54) 【発明の名称】 オージェ電子分光装置および深さ方向分析方法

(57) 【要約】

【課題】 固体試料の内部に存在する分析対象層を正確に測定することができるオージェ電子分光装置を提供する。

【解決手段】 電子銃9と、イオン銃8と、電子線もしくはイオンビームを試料10の表面上に集束し走査する手段と、試料10から放出された二次電子を検出する手段25と、検出された二次電子の信号強度を集束電子線走査もしくは集束イオンビーム走査と同期して表示する手段と、集束イオンビームよりも低いエネルギーのイオンを試料に照射する手段24とをもち、かつ、電子線走査により試料表面から放出された電子をエネルギー分析器で分光する手段を具備することを特徴とする。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 電子線を発生する手段と、イオンビームを発生する手段と、電子線もしくはイオンビームを試料表面上に集束し走査する手段と、試料から放出された二次電子を検出する手段と、検出された二次電子の信号強度を集束電子線走査もしくは集束イオンビーム走査と同期して表示する手段と、前記集束イオンビームよりも低いエネルギーのイオンを試料に照射する手段とをもち、かつ、電子線走査により試料表面から放出された電子をエネルギー分析器で分光する手段を兼ね備えたことを特徴とするオージェ電子分光装置。

【請求項2】 分光分析のための前記エネルギー分析器がダブルパスの円筒鏡型分光器であり、前記電子線の発生手段と、前記イオンビームの発生手段と、前記電子線もしくはイオンビームを試料表面上に集束し走査する手段が、該ダブルパス円筒鏡型分光器の内円筒の内側に設置されていることを特徴とする請求項1に記載のオージェ電子分光装置。

【請求項3】 前記電子線の発生手段が前記ダブルパス円筒鏡型分光器の1段目試料側の内円筒内側にあり、前記イオンビームの発生手段が前記ダブルパス円筒鏡型分光器の2段目検出器側の内円筒内側にあることを特徴とする請求項2に記載のオージェ電子分光装置。

【請求項4】 前記電子線の発生手段と前記イオンビームの発生手段が前記ダブルパス円筒鏡型分光器の2段目検出器側の内円筒内側にあることを特徴とする請求項2に記載のオージェ電子分光装置。

【請求項5】 前記電子線の発生手段と前記イオンビームの発生手段が前記ダブルパス円筒鏡型分光器の外側にあり、該ダブルパス円筒鏡型分光器の検出器として、中央に電子線もしくはイオンビームの通過できる孔の開いたマルチチャンネルプレートを使用していることを特徴とする請求項2に記載のオージェ電子分光装置。

【請求項6】 前記イオンビームを発生／集束／走査する手段において使用するイオンビームがガリウムイオンビームであり、前記集束イオンビームよりも低いエネルギーのイオンを試料に照射する手段で使用するイオンがアルゴンイオンであることを特徴とする請求項1～5のいずれかに記載のオージェ電子分光装置。

【請求項7】 集束イオンビームの照射により任意の試料断面を形成し、さらに前記集束イオンビームよりも低いエネルギーのイオンを試料に照射する手段により試料断面をスパッタリングした後、試料断面部への電子線照射によりオージェ電子分光分析を行うことを特徴とする深さ方向分析方法。

【請求項8】 試料断面を形成する際に使用する前記集束イオンビームがガリウムイオンビームであり、試料断面をスパッタリングする際に使用する前記イオンがアルゴンイオンであることを特徴とする請求項7に記載の深さ方向分析方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は半導体デバイス等の表面分析装置として用いられるオージェ電子分光装置に係わり、特に固体試料の内部に存在する分析対象層を正確に測定することができるオージェ電子分光装置と、本装置を使用した深さ方向分析方法に関する。

【0002】

【従来の技術】表面分析とは試料から放出される電子、イオン、X線等のエネルギーや強度分布を調べることに、その試料の組成や化学結合状態、あるいは試料の電子構造を分析するものである。試料表面から電子やイオン等を放出させるための励起線には、電子線、X線、イオンといった電離放射線を用いる。

【0003】表面分析の一つの手法としてオージェ電子分光法(AES: Auger Electron Spectroscopy)がある。オージェ電子分光法は、真空内に置かれた試料に1～10keVのエネルギーを持つ電子線を照射し、構成原子固有のエネルギーを持って試料表面から放出されたオージェ電子のエネルギー分布を測定することによって、表面組成を分析する技術として知られている。

【0004】オージェ電子分光法ではオージェ電子の脱出深さより、表面の一層から数十層程度(10nm以下)の極表面を分析する。また、励起線に使用する電子線は非常に細く絞ることが可能なため、数十nm程度の微小領域の分析が可能になる。更に、イオンスパッタリングと併用することで深さ方向分析を行うこともできる。

【0005】表面からの深さ方向分析が必要な材料の分野は広く、耐食性や耐酸化性などの化学特性、耐摩耗性や潤滑性などの機械的特性の研究や、層構造を持つ電子材料や磁性材料の研究開発が挙げられる。近年、超LSIデバイスを開発し量産する場合、その半導体デバイスの構造解析および製造プロセス評価の重要性は増大し、解析評価技術が重要な部分を占めるに至っている。その中でも半導体デバイスの層構造や、不純物元素の分布や、層間に存在する異物を分析することができる、オージェ電子分光装置による深さ方向分析が超LSIデバイスの性能向上に不可欠なものになってきている。

【0006】オージェ電子分光装置で半導体デバイスの内部を分析する場合は、試料表面に対して広範囲に高速イオン(Arイオンなど)をぶつけて、表面物質をスパッタリングしながら徐々に掘削していき深さ方向分析を行う。

【0007】このような方法による分析装置は基本的には、試料表面を励起するための電子銃と、試料から放出されるオージェ電子を検出しエネルギー分析を行う分光器と、試料表面をイオンスパッタリングするためのイオン銃とを一つの真空容器内に組み込んだ構成になってい

る。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】オージェ電子分光装置においてイオンスパッタリングを併用することで深さ方向分析を行う場合、様々な問題点が認識されている。例えば、①アトミックミキシングによる深さ分解能の低下、②スパッタリングによる表面粗さの成長、③選択スパッタリング、④イオンビームの経時変化、⑤結晶方位によるスパッタリング速度の差などが挙げられる。

【0009】通常、深さ方向分析において“深さ（深さ方向のスケール）”を決定する方法は、①膜厚既知の試料を使う、②スパッタクレータを実測する、のどちらかである。①の場合、厚さを別の方法で測定しておいた膜の付いた試料を標準試料とし、その膜をスパッタリングし終わるまでの時間を測定してスパッタリング速度を決定する。実際には試料によってスパッタリング速度は異なるので、元素毎のスパッタリング収率で補正をする必要がある。この方法は厳密さには欠けるが簡便であるため使用頻度が高い。②の場合、深さ方向分析の終了した後のスパッタクレータを実測する。しかし、スパッタクレータの粗さが測定精度を低下させたり、試料が多層膜の場合は膜によりスパッタリング速度が異なるため、厳密な方法とは言えない。以上の様に、イオンスパッタリングによる深さ方向分析では、深さ方向スケールの正確な決定は困難な場合もしくは時間がかかる場合が多い。

【0010】一方、直接試料断面を露出させてから分析する方法もある。例えば、集束イオンビーム（FIB: Focused Ion Beam）加工装置やダイシングソー、ボールクレータ装置などを使用して、試料断面や穴を露出させた後にオージェ電子分光装置で分析する方法が開示（特開平10-227728）されているが、試料を大気中もしくは特定の真空装置から他の真空装置（オージェ電子分光装置）に移し替えるため、途中で大気中を通過することによる表面の変質汚染を免れず、かつ分析に時間がかかるという問題がある。一方で、オージェ電子分光装置のチャンバーと集束イオンビーム加工装置のチャンバーをゲートバルブを介して連結する方法も開示（特開平4-272641）されているが、各チャンバー間の試料の移動機構や位置合わせの方法が必要になり、ひいては装置の大型化に伴う経済上の問題が生じる。

【0011】以上のように、オージェ電子分光分析の際に深さ方向分析を行う手段において、試料断面の形成と分光分析の両手段を兼ね備えた手法が提案されていないのが現状である。

【0012】そこで本発明の目的は、固体試料の内部に存在する分析対象層を正確に測定することができるオージェ電子分光装置を単一の分析装置として提供することにある。また本発明の目的は、かかるオージェ電子分光装置を使用した深さ方向分析方法を提供することにあ

る。

【0013】

【課題を解決するための手段】上記の目的を達成すべく成された本発明の構成は以下の通りである。

【0014】すなわち本発明のオージェ電子分光装置は、電子線を発生する手段と、イオンビームを発生する手段と、電子線もしくはイオンビームを試料表面上に集束し走査する手段と、試料から放出された二次電子を検出する手段と、検出された二次電子の信号強度を集束電子線走査もしくは集束イオンビーム走査と同期して表示する手段と、前記集束イオンビームよりも低いエネルギーのイオンを試料に照射する手段とを持ち、かつ、電子線走査により試料表面から放出された電子をエネルギー分析器で分光する手段を兼ね備えたことを特徴としているものである。

【0015】上記本発明のオージェ電子分光装置は、さらなる特徴として、「分光分析のための前記エネルギー分析器がダブルパスの円筒鏡型分光器（Double-pass Cylindrical Mirror Analyzer）であり、前記電子線の発生手段と、前記イオンビームの発生手段と、前記電子線もしくはイオンビームを試料表面上に集束し走査する手段が、該ダブルパス円筒鏡型分光器の内円筒の内側に設置されている」こと、「前記電子線の発生手段が前記ダブルパス円筒鏡型分光器の1段目試料側の内円筒内側にあり、前記イオンビームの発生手段が前記ダブルパス円筒鏡型分光器の2段目検出器側の内円筒内側にある」こと、「前記電子線の発生手段と前記イオンビームの発生手段が前記ダブルパス円筒鏡型分光器の2段目検出器側の内円筒内側にある」こと、「前記電子線の発生手段と前記イオンビームの発生手段が前記ダブルパス円筒鏡型分光器の外側にあり、該ダブルパス円筒鏡型分光器の検出器として、中央に電子線もしくはイオンビームの通過できる孔の開いたマルチチャンネルプレートを使用している」こと、「前記イオンビームを発生／集束／走査する手段において使用するイオンビームがガリウムイオンビームであり、前記集束イオンビームよりも低いエネルギーのイオンを試料に照射する手段で使用するイオンがアルゴンイオンである」こと、を含む。

【0016】本発明のオージェ電子分光分析装置によれば、試料を移動することなく試料の加工と分光分析が可能となる。また、試料上の任意の位置における深さ方向分析が可能となり、かつ、深さ方向のスケール精度が向上する。更に、分光分析のためのエネルギー分析器として円筒鏡型分光器を採用し、この内部に励起用の電子銃と電子レンズ、試料加工用のイオン銃とレンズ系を内包することにより、試料周りの空間的自由度を高めることができる。

【0017】また本発明の深さ方向分析方法は、集束イオンビームの照射により任意の試料断面を形成し、さら

に前記集束イオンビームよりも低いエネルギーのイオンを試料に照射する手段により試料断面をスパッタリングした後、試料断面部への電子線照射によりオージェ電子分光分析を行うことを特徴とするものである。

【0018】

【発明の実施の形態】本発明のオージェ電子分光装置における電子線の発生手段は特に限定されるものではなく、例えば、熱電子放出型電子銃、電界放出型電子銃などの電子銃を用いることができる。

【0019】また、以下に説明する実施例ではイオンビームの発生手段においてGaイオンビームを用い、この集束イオンビームよりも低いエネルギーのイオンを試料に照射する手段においてアルゴンイオンを用いているが、これに限られるものではなく、本発明の要旨を変更しない範囲でイオン種を変えても差し支えない。

【0020】本発明のオージェ電子分光装置を用いて試料の深さ方向分析を行うには、まず集束イオンビームの照射により任意の試料断面を形成する。この集束イオンビーム加工の際、イオンビームの照射により加工位置近傍にアモルファス層が形成されたり、場合によってはイオンビームのイオンが試料表面に付着もしくは打ち込まれる。このような状態では厳密な深さ方向分析を行うことができない。

【0021】そこで本発明においては、上記集束イオンビーム加工に続いて、集束イオンビームよりも低いエネルギーのイオンを試料に照射して試料断面をスパッタリングすることにより上記のアモルファス層やイオンを除去した後、試料断面部への電子線照射によりオージェ電子分光分析を行う。これにより、固体試料の内部に存在する分析対象層を正確に測定することができる。

【0022】

【実施例】以下に本発明の実施例を説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0023】（実施例1）本発明の第一の実施例を図1～3を用いて説明する。

【0024】1は高真空チャンバーであり、排気部26から真空ポンプ（不図示）により排気して、エネルギー分析器の構成部材2～7、イオン銃8、電子銃9、13～23のレンズ系およびアパーチャー、試料10、試料ステージ11、二次電子検出器25、アルゴンイオン銃24を $1.3 \times 10^{-7} \sim 1.3 \times 10^{-8}$ Paの真空度に保っている。

【0025】試料ステージ11はマニピュレータ12により3軸方向の粗動および微動と回転動作、傾斜動作ができるようになっている。特に傾斜動作は、試料加工と分光分析時で90度以上傾斜させる可能性が考えられるため、±100度以上の傾斜を可能にしている。

【0026】エネルギー分析器は外円筒2、内円筒3、球形グリッド5、可変アパーチャー16、取り出しアパーチャー6、電子倍增管付き検出器7から成り立つ2段

の円筒鏡型分光器（Double-pass Cylindrical Mirror Analyzer）であり、二重の磁気シールド4が施されている。内円筒3の内側には、イオン銃8、電子銃9、13～22のレンズ系およびアパーチャーが設置されており、電子線やイオンビームを集束し試料表面を走査するために使用される。

【0027】電子倍增管付き検出器7からの信号および二次電子検出器25からの信号は真空外に設置されたコンピュータ（不図示）に送られ、電子線やイオンビームの走査と同期して記録／表示することができる。

【0028】まず、試料の任意の位置を集束イオンビームで加工して断面を露出する方法を図2を用いて説明する。

【0029】イオン銃8はGaイオンの液体金属イオン源とエミッタと引き出し電極から構成されている。液体金属イオン源のフィラメントに電流を流して加熱し、フィラメント先端に設けられたエミッタと引き出し電極の間に数kVから数10kVの電圧を印加してイオンビームを引き出す。引き出されたイオンビームの中央部分をアパーチャー13で取り出し、集束レンズ14で集束する。集束されたイオンビームはビーム制限用の可変アパーチャー16、アライナ・スティグマ電極17、偏向電極20、対物レンズ23からなるイオン光学系で偏向されて試料10の表面上の任意の場所を走査する。この時、可変アパーチャー16の穴径を変化させることで、ビーム電流やビーム径を切り替えて試料の加工を行う。また、ブランキング電極15はアパーチャー16の外側に高速にイオンビームを振り、試料10へのイオンビームの照射を停止する。

【0030】試料表面へのイオンビームの照射により放出された二次電子を二次電子検出器25で検出し、イオンビームの走査と同期して表示することで二次電子像を得ることが出来る。この二次電子像を元に試料の加工位置、つまり深さ方向分析を行いたい部分を特定し、イオンビームで加工を行う。

【0031】試料断面を形成後、Arイオン銃24を使用して加工面を十数nm程度エッチングする。これは、集束イオンビーム加工をするとイオンビームの照射により加工位置近傍に十数nmの厚さのアモルファス層が形成されることや、場合によってはイオンビームのGaイオンが試料表面に付着もしくは打ち込まれるため、これらを除去するために必要である。この際、Arイオンは1kVから3kV程度のエネルギーに設定する。

【0032】次に露出させた試料断面をオージェ電子分光法により分析する方法を図3を用いて説明する。

【0033】オージェ電子分光分析を行う際には、電子銃9を使用し、集束した電子線を試料10に照射する。電子銃9はフィラメントを通電加熱して電子放出させる熱電子放出型電子銃であり、フィラメントと、放出電子

のクロスオーバー点をつくるためのウェーネルト電極と、引き出し電極から構成されている。電子銃9はイオンビームの通過を阻害しないようにレンズの光軸から傾いて設置されている。電子銃9から放出された電子は偏向コイル18により光軸と一致する方向へ偏向され、2段の3極型静電レンズからなる集束レンズ19で集束され、偏向電極20により試料10の表面を走査する。また、21は非点補正用スティグマトール、22は対物アパーチャー、23は対物レンズを表わす。

【0034】試料表面への電子線の照射により放出された二次電子を二次電子検出器25で検出し、電子線の走査と同期して表示することで二次電子像を得ることができる。この二次電子像を元に試料表面や断面の観察、および分析位置の特定を行い分光分析に移る。

【0035】エネルギー分析器の先端にある球形グリッド5は2枚あり、試料10側の1枚は接地され、分析器側の1枚は阻止電位が印加され内円筒3と等電位になっている。電子線照射により試料10より放出されたオージェ電子は、阻止電位により電子のパスエネルギーが一定となって第一段目の円筒鏡型分光器へ入射する。そして二段の円筒鏡型分光器で分光された電子のうち、可変アパーチャー16と取り出しアパーチャー6を通過したものが、電子倍増管付き検出器7で検出され、その出力信号はコンピュータに送られ、記録される。外円筒2に印加する電位の走査と、球形グリッド5に印加する阻止電位の掃引を行うことで、オージェ電子のエネルギースペクトルを得ることができる。

【0036】なお、可変アパーチャー16と対物アパーチャー22は、試料の集束イオンビーム加工時とオージェ電子分光分析時で適宜開口部の大きさを調節する。また、オージェ電子分光分析時にはイオンビームは発生しないようにすることが望ましく、特にブランピング電極15とアライナ・スティグマ電極17は動作させないことが必要である。

【0037】（実施例2）本実施例では図4に示すように、円筒鏡型分光器の2段目の内円筒3の内部にイオン銃8と電子銃9を並べて設置することを特徴とする構成について説明する。

【0038】電子銃9を使用する場合には偏向器28により電子線を光軸と一致する方向へ偏向し、また集束レンズとして19と14を使用する。本構成では、電子線の集束に多段のレンズ構成を用いることができ、電子線を絞り、より微小部を分析するのに役立つ。

【0039】（実施例3）本実施例では図5に示すように、円筒鏡型分光器の上方外側にイオン銃8と電子銃9を並べて設置することを特徴とする構成について説明する。

【0040】本構成では検出器27として、中央に電子線やイオンビームの通過できる孔の開いたマルチチャンネルプレートを使用する。動作方法は実施例2と同様

に、電子銃9を使用する場合には偏向器28により電子線を光軸と一致する方向へ偏向し、また集束レンズとして19と14を使用する。本構成によると、円筒鏡型分光器内の対象性が高く、分光分析時のエネルギースペクトルに与える影響が小さい。

【0041】本発明の実施例1～3においては、内円筒3内部のレンズや偏向器として静電型を提示したが、これに限られるものではなく、本発明の要旨を変更しない範囲で磁界レンズ等を使用しても差し支えない。ただし、イオンに対して磁界レンズは感度が低いため、イオンビームの集束／走査に関わらない電子線の集束レンズと偏向コイルのみ磁界型とする方が良い。またその際には、内円筒内側の磁気シールドは確実に施す必要がある。

【0042】

【発明の効果】本発明のオージェ電子分光分析装置によれば以下の効果を奏する。

（1）試料を移動することなく試料の加工と分光分析が可能となった。また、試料上の任意の位置における深さ方向分析が可能となり、かつ、深さ方向のスケール精度が向上した。

（2）分光分析のためのエネルギー分析器として円筒鏡型分光器を採用し、この内部に励起用の電子銃と電子レンズ、試料加工用のイオン銃とレンズ系を内包することにより、試料周りの空間的自由度を高めることができる。

（3）電子線発生手段とイオンビーム発生手段を円筒鏡型分光器の2段目検出器側の内円筒内側に設けることにより、電子線の集束に多段のレンズ構成を用いることができ、電子線を絞り、より微小部を分析することが可能となる。

（4）電子線発生手段とイオンビーム発生手段を円筒鏡型分光器の外側に設け、円筒鏡型分光器の検出器としてマルチチャンネルプレートを用いることにより、円筒鏡型分光器内の対象性を高め、分光分析時のエネルギースペクトルに与える影響を小さくすることができる。

【0043】また、本発明の深さ方向分析方法によれば、集束イオンビーム加工によって形成された試料断面上のアモルファス層やイオンを除去してオージェ電子分光分析を行うため、固体試料の内部に存在する分析対象層を正確に測定することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明における実施例1を説明するオージェ電子分光装置の概略図である。

【図2】本発明における実施例1を説明するオージェ電子分光装置の概略図である。

【図3】本発明における実施例1を説明するオージェ電子分光装置の概略図である。

【図4】本発明における実施例2を説明するオージェ電子分光装置の概略図である。

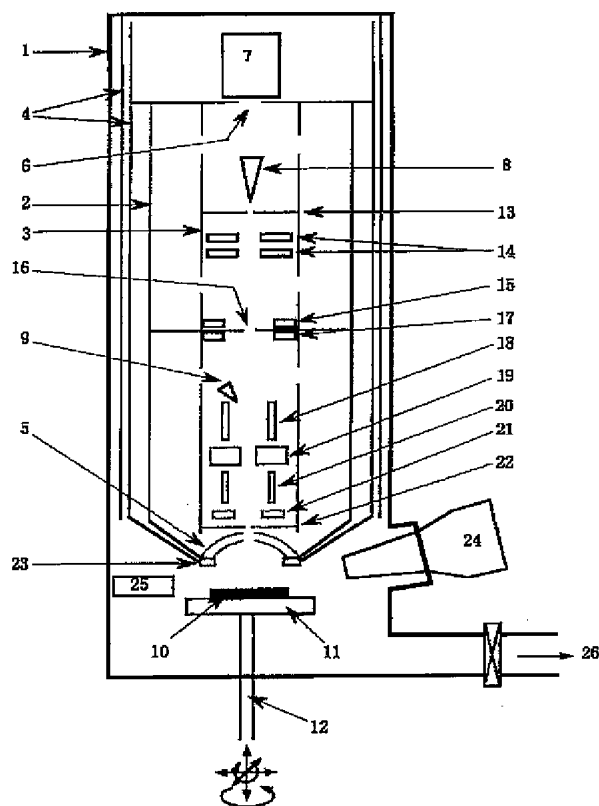
【図5】本発明における実施例3を説明するオージェ電子分光装置の概略図である。

【符号の説明】

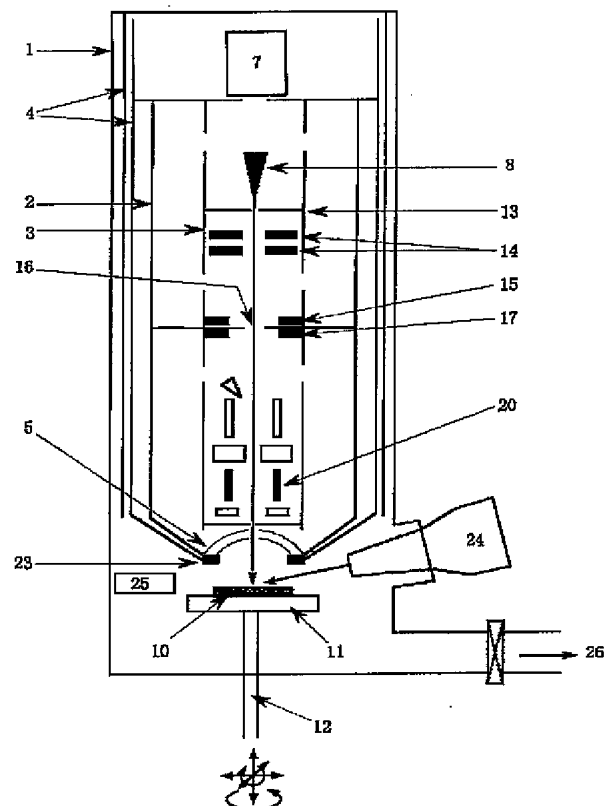
- 1 真空チャンバー
- 2 外円筒
- 3 内円筒
- 4 磁気シールド
- 5 球形グリッド
- 6 取り出しアパーチャー
- 7 電子倍増管付き検出器
- 8 イオン銃
- 9 電子銃
- 10 試料
- 11 試料ステージ
- 12 5軸マニピュレータ
- 13 アパーチャー

- 14 集束レンズ
- 15 プランキング電極
- 16 アパーチャー
- 17 アライナ・スティグマ電極
- 18 偏向コイル
- 19 集束レンズ
- 20 偏向電極
- 21 スティグマトール
- 22 対物アパーチャー
- 23 対物レンズ
- 24 Arイオン銃
- 25 二次電子検出器
- 26 排気部
- 27 検出器
- 28 偏向器

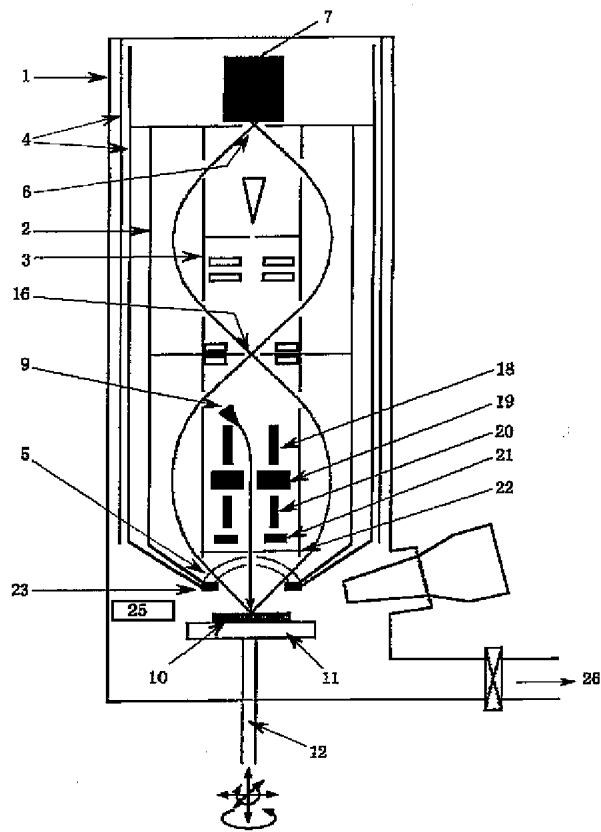
【図1】



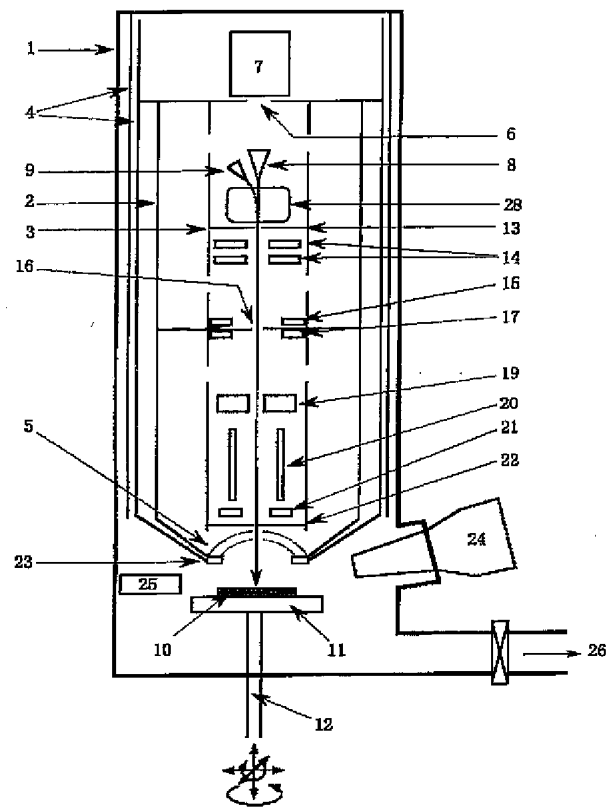
【図2】



【図 3】



【図 4】



【図5】

